

Rec'd PC 70 30 JUN 2005

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-280209

(43)Date of publication of application : 27.09.2002

(51)Int.Cl. H01F 1/22
H01F 41/02

(21)Application number : 2001-081439

(71)Applicant : KOBE STEEL LTD

(22)Date of filing : 21.03.2001

(72)Inventor : MITANI HIROYUKI
YURI TSUKASA
FUJISAWA KAZUHISA
SEKI YOSHIKAZU
MURAKAMI MASAHIRO
HOJO TAKAFUMI

(54) HIGH-INTENSITY DUST CORE POWDER, HIGH-INTENSITY DUST CORE, AND ITS
MANUFACTURING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide mixed powders in which soft magnetic powders and binder resins are mixed uniformly, have electrical resistances where an overcurrent can be restricted between soft magnetic powder particles, and are a raw material of dust core having high mechanical intensity at normal temperatures and high temperatures, with the dust core obtained from the mixed powders, and to provide its manufacturing method.

SOLUTION: High-intensity dust core powders contain soft magnetic powders; phenolic resin fine powders, preferably phenolic resin fine powders in which the mean particle size is 30 μm or less, which has a methylol group in molecules, and in which a nondissolved part in the case of being dissolved in high excessive boiled methanol is at least 4 mass%, based on the total amount of phenolic resin; a high-intensity dust core is obtained from the dust core powders; and its manufacturing method is provided.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 01.04.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] Powder for high intensity dust cores characterized by being a thing containing soft magnetism powder and phenol resin impalpable powder.

[Claim 2] Powder for high intensity dust cores according to claim 1 whose mean particle diameter of said phenol resin impalpable powder is 30 micrometers or less.

[Claim 3] Said phenol resin is powder for high intensity dust cores according to claim 1 or 2 which is what has a methylol radical in intramolecular.

[Claim 4] For said phenol resin, the non-dissolved part at the time of making it dissolve in a boiling methanol with a rate of 100ml to 1g of this phenol resin is the powder for high intensity dust cores according to claim 1 to 3 it is [powder] at least 4 mass % to this phenol resin total amount.

[Claim 5] Powder for high intensity dust cores according to claim 1 to 4 said whose phenol resin impalpable powder is what is carried out 0.5-5 mass % content.

[Claim 6] Powder for high intensity dust cores according to claim 1 to 5 whose lubricant is what is carried out 0.2 mass % content at least.

[Claim 7] Powder for high intensity dust cores according to claim 1 to 5 which is what is used for compression forming using the die which below 0.2 mass % (0 mass % is included) content of the lubricant is carried out, and applied lubricant to the internal surface.

[Claim 8] compression molding of the powder for high intensity dust cores according to claim 1 to 7 -- the high intensity dust core characterized by being what heat-hardened and obtained in the phenol resin which exists in the inside of the body.

[Claim 9] the process which presses the powder for high intensity dust cores according to claim 1 to 7, and compression molding -- the manufacture approach of the high intensity dust core characterized by having the process to which heat curing of the phenol resin in the living body is carried out.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]**[0001]**

[Field of the Invention] This invention relates to the dust core acquired from the charge of dust core material which makes a subject the soft magnetism powder like iron powder or iron machine alloy powder, and phenol resin impalpable powder, and this ingredient, and its manufacture approach. The dust core acquired by this invention is excellent in ordinary temperature, and a mechanical strength and a magnetic property. [in / further / an elevated temperature]

[0002]

[Description of the Prior Art] In the core used in an alternating current magnetic field, while it is required for iron loss, especially eddy current loss to be small and for flux density to be high, it is required in the case of the winding for making it the handling and coil in a production process for there to be no breakage. In the case of the so-called dust core, since this resin plays the role of adhesives among iron powder children while being able to control eddy current loss by making the resin which has insulation intervene among iron powder children, it is possible to secure a good mechanical strength and to prevent breakage.

[0003] As a Prior art about a dust core, soft magnetism powder, such as iron powder, and an epoxy resin, Pressing mixture with organic binder resin, such as polyimide resin; silicone system resin, phenol resin, and Nylon, into a predetermined configuration, and being obtained is known. Moreover, BE ** which reduces the frictional resistance between powder at the time of compression molding, and frictional resistance with a die, Carrying out 0.8-1 mass % extent mixing of the lubricant, such as zinc stearate and lithium stearate, furthermore, and attaining fertilization is also performed (for example, JP,56-74902,A, JP,62-232102,A, JP,58-46044,B, JP,4-12605,B, etc.).

[0004] Since it was not conventionally applied to components with which the dust core is used in ordinary temperature, and a mechanical strength is required, a mechanical strength, especially the mechanical strength in an elevated temperature were not asked. Although the mechanical strength in ordinary temperature of the conventional dust core which actually used the above resin is large, at an elevated temperature 100 degrees C or more, a mechanical strength falls for the glass transition of resin, or softening. Especially application on the components for which a mechanical strength is needed in the case where it becomes an elevated temperature at Nylon which is thermoplastics among the above by the case where it is used at an elevated temperature, and generation of heat in use since the fall of the mechanical strength in an elevated temperature is large and the same of this inclination is said of the epoxy resin which is thermosetting resin, polyimide resin, and phenol resin was difficult.

[0005] Using what has the melting point higher than the curing temperature of thermosetting binder resin for the lubricant mixed in a raw material as a technique of improving the mechanical strength of a dust core is proposed (JP,4-12605,B). However, since the essential reinforcement of a dust core was what is determined by the bonding strength or adhesive strength of binder resin, it was only the hardening process of binder resin, and this technique that eliminates lubricant which bars association between iron powder-resin was insufficient for aiming at the improvement of a hot mechanical strength.

[0006] In addition, as an improvement measure of a Plastic solid consistency, lubricant is applied to the internal surface of a die and the technique which does not add lubricant is proposed in raw material mixing powder (JP,9-272901,A). Since lubricant bars junction of iron powder (soft magnetism powder) and resin and the fall of a mechanical strength is caused, it can be expected that this technique has effectiveness not only in molding

volume density but in improvement in Plastic solid reinforcement. However, in order to aim at improvement in a hot mechanical strength, it is necessary to improve it of binder resin itself as above-mentioned.

[0007] Moreover, in order to control the above-mentioned eddy current loss of a dust core, giving sufficient electric insulation is called for and it needs to mix binder resin with soft magnetism powder from this point to homogeneity in advance of shaping. Although the homogeneity of the mixture of such soft magnetism powder / binder resin was important also from the point of improvement in the mechanical strength of the dust core which fabricates this and is acquired, it had to mix with soft magnetism powder and phenol resin had a difficulty in workability, for example, after making it dissolve in hydrocarbon system solvents, such as toluene, a xylene, and a hexane, since it had the shape of a liquid, mass, or a flake.

[0008]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] It is in offering the dust core acquired from the mixed powder used as the raw material of the dust core which this invention is made paying attention to the above-mentioned situation, and binder resin is mixing the purpose with soft magnetism powder to homogeneity, and has the electric resistance which can control the eddy current between soft magnetism powder particles, and also has a high mechanical strength, and this mixed powder, and its manufacture approach.

[0009]

[Means for Solving the Problem] The powder for high intensity dust cores of this invention which could attain the above-mentioned purpose (it may only be hereafter called "the powder for dust cores") has a summary at the place containing soft magnetism powder and phenol resin impalpable powder.

[0010] As for the above-mentioned phenol resin impalpable powder, it is desirable that mean particle diameter is 30 micrometers or less, and it is adopting the thing of such a particle size, and can attain homogeneity mixing with soft magnetism powder.

[0011] Moreover, it is desirable that phenol resin is the self-bridge formation mold which has a methylol radical in intramolecular in this invention, and in order to secure the hot mechanical strength of a dust core, it is still more desirable that the non-dissolved part (it may only be hereafter called "a non-dissolved part") of this phenol resin at the time of making it dissolve in a boiling methanol with a rate of 100ml to 1g of this phenol resin is at least 4 mass % to this phenol resin total amount.

[0012] The inside of the above-mentioned powder for dust cores, it is desirable that 0.5-5 mass % content of this phenol resin impalpable powder is done, and it is recommended that 0.2 mass % content of lubricant is done further at least. In addition, when the above-mentioned powder for dust cores is used for compression forming using the die which applied lubricant to the internal surface, it is desirable that the above-mentioned amount of lubricant is below 0.2 mass % (0 mass % is included).

[0013] the high intensity dust core (it may only be hereafter called a "dust core") of this invention -- compression molding of the above-mentioned powder for dust cores -- the phenol resin which exists in the inside of the body is heat-hardened and obtained. namely, the process into which the manufacture approach of the high intensity dust core of this invention presses the above-mentioned powder for dust cores and compression molding -- it has the description at a place equipped with the process to which heat curing of the phenol resin in the living body is carried out.

[0014]

[Embodiment of the Invention] After the "dust core" as used in the field of this invention mixes and presses the lubricant for reducing friction at the time of compression molding depending on the binder resin for an electric insulation and mechanical-strength grant, and the case into soft magnetism powder and makes it a predetermined configuration, they is electromagnetic components called the core (core) which heat-hardens binder resin and is mainly used in an alternating current magnetic field.

[0015] Soft magnetism powder is the metal powder of a ferromagnetic, and the iron powder which has electric insulation coats, such as a phosphoric acid system chemical film and an oxide film, on pure iron powder, iron machine alloy powder (a Fe-aluminum alloy, a Fe-Si alloy, Sendust, permalloy, etc.) and amorphous powder, and a front face is mentioned as an example. Post reduction is carried out and such soft magnetism powder can be manufactured by [which were made into the particle for example, by the atomizing method] grinding after that. Although the soft magnetism powder whose mean particle diameter from which accumulation particle size distribution become 50% is about 20-250 micrometers is obtained by such process by the particle size distribution evaluated by the sifting-out method, in this invention, an about 50-150-micrometer thing is used

preferably especially.

[0016] As for the powder for dust cores of this invention, this phenol resin plays a role of binder resin including above-mentioned soft magnetism powder and phenol resin impalpable powder. Phenol resin is thermosetting resin, after compression molding, it is heat-treating and advancing crosslinking reaction, i.e., carrying out heat curing, and the dust core which has a good mechanical strength is acquired. Therefore, the phenol resin used by this invention has the desirable thing of a self-bridge formation mold which has a methylol radical in intramolecular.

[0017] In a dust core, in order to gain good electric resistance and a good mechanical strength, it is indispensable that soft magnetism powder and phenol resin are being mixed to homogeneity in advance of compression molding. The gestalten of phenol resin are usually the shape of liquid, and the shape of massive and a flake as above-mentioned, since it is larger than the mean particle diameter of soft magnetism powder 10 or more times, in order to aim at homogeneity mixing with soft magnetism powder in the case of a solid-state, it is necessary to make it dissolve in a solvent, and phenol resin needs to be used for them. On the other hand, with the powder for dust cores of this invention, by using the phenol resin of impalpable powder, homogeneity mixing with soft magnetism powder was attained without the solvent, and manufacture of the outstanding electric resistance and the dust core which has a mechanical strength was enabled.

[0018] From a viewpoint of such homogeneity mixing, it is specifically [as for the phenol resin impalpable powder used by this invention, it is desirable that mean particle diameter is fully smaller than soft magnetism powder, and] recommended especially still more preferably that it is [30 micrometers or less / 20 micrometers or less] 10 micrometers or less preferably. In addition, "mean particle diameter" here averages the particle size measured directly from this photograph about 100 phenol resin simple grain children (particle which is not what two or more particles condensed, and exists independently) who chose from the photograph (scale factor: 400 times) of the phenol resin impalpable powder photoed using the scanning electron microscope at random.

[0019] The above phenol resin impalpable powder of size grinds the thing of the shape of massive or a flake depending on the case, air-current classification can be carried out, this can be obtained, and also in the case of the phenol resin of the amount of macromolecules, the phenol resin solution which was made to dissolve in a good solvent and was obtained is dropped into the poor solvent of an overlarge, it settles phenol resin, and can be manufactured by collecting these precipitate etc. In this case, mean particle diameter is controllable by adjusting the concentration of a phenol resin solution.

[0020] Furthermore, in this invention, it is desirable that bridge formation is advancing and carrying out macromolecule quantification to some extent, having a methylol radical for self-bridge formation of the above-mentioned phenol resin. Since softening stops arising and the effect of glass transition also becomes small further while a mechanical strength will become large, if phenol resin heat-hardens and the structure of cross linkage progresses, the fall of a hot mechanical strength is no longer seen. Since the mechanical strength of a dust core is dependent on the mechanical strength of binder resin, by carrying out heat curing of the compression-molding object using the phenol resin with which the structure of cross linkage is not comparatively developed, it advances bridge formation of phenol resin and can aim at improvement in ordinary temperature and the mechanical strength in an elevated temperature.

[0021] However, by the phenol resin from which the structure of cross linkage has seldom developed, heat curing of long duration is needed and the fall of the mechanical strength in an elevated temperature cannot be especially controlled on practical level (about 2 or less hours of heat-curing time amount). Therefore, it is desirable to use the phenol resin with which macromolecule quantification of the bridge formation was carried out to some extent by going on.

[0022] Specifically, at least 4 mass % and the thing which is more than 5 mass % preferably are recommended for the non-dissolved part at the time of making it dissolve in a 100ml boiling methanol to 1g of this phenol resin as phenol resin to a phenol resin total amount. Although it is thought that it is easy to dissolve it depending on the amount of the methylol radical which exists in this phenol resin molecule, so that the solubility over the boiling methanol of phenol resin has many the numbers, in order that a methylol radical may be consumed and the number may decrease with advance of crosslinking reaction, it is surmised that the part (non-dissolved part) which does not dissolve in a boiling methanol comes to arise.

[0023] That is, since most phenol resin with which a non-dissolved part is less than the above-mentioned minimum is not constructing a bridge, it cannot secure mechanical strength sufficient by the above practical

heat-curing time amount, especially the mechanical strength in an elevated temperature in the dust core which used this. In addition, it is recommended that the above-mentioned non-dissolved part is 20% or less preferably 30% or less to a phenol resin total amount. In the phenol resin exceeding this, in order that the reaction in the case of heat curing may be too quick and may form the uneven structure of cross linkage, a hardened material (dust core) becomes weak.

[0024] The amount of the above-mentioned non-dissolved part of phenol resin is calculated by the following approaches. The phenol resin of the mass W1 weighed precisely is thrown in in the 100ml methanol of a rate to 1g of phenol resin, a Soxhlet extraction is carried out at 80 degrees C for 20 hours, and it filters with the glass filter with which a phenol resin particle 7 micrometers or more is suspended. Desiccation solidification of this filtrate is carried out, the mass W2 of a residual hardening-by-drying object is measured, and the amount X of non-dissolved parts is computed using a bottom type (1).

$$X = 100 \times \{1 - (W2/W1)\} \dots (1)$$

[0025] In addition, the above-mentioned amount of non-dissolved parts in the phenol resin particle in the powder for dust cores of this invention can be calculated by the above-mentioned approach, after performing filtration separation using the solvent which only this lubricant dissolves and taking out only phenol resin, when the lubricant mentioned later contains after magnetic separation separated soft magnetism powder.

[0026] In order that the above-mentioned phenol resin may secure the mechanical strength at the time of considering as a dust core, containing more than 0.7 mass % preferably is recommended more than 0.5 mass [in the powder whole quantity] %. On the other hand, in order for the rate of the volume of the soft magnetism powder in a dust core to decrease and to cause the fall of a magnetic property although a mechanical strength and electric insulation improve if the amount of phenol resin is increased, containing below 2 mass % preferably is desirable below 5 mass [in the powder whole quantity] %.

[0027] As for the powder for dust cores of this invention, it is desirable that lubricant contains further. According to an operation of this lubricant, the frictional resistance between the soft magnetism powder at the time of pressing the powder for dust cores or between soft magnetism powder-die walls can be reduced, and die galling of a Plastic solid and generation of heat at the time of shaping can be prevented. In order to demonstrate such effectiveness effectively, at least 0.2 mass % and containing more than 0.5 mass % preferably are recommended for lubricant among the powder whole quantity. On the other hand, since the effectiveness is saturated and checks association between soft magnetism powder-phenol resin rather, the mechanical strength of a Plastic solid (dust core) is reduced or the inclination which the rate of the volume of the soft magnetism powder in this Plastic solid decreases, and causes the fall of a magnetic property has it even if it adds lubricant so much, it is desirable to make the upper limit into 1 in the powder whole quantity mass %. It is below 0.8 mass % more preferably.

[0028] Specifically, the metal salt powder of stearin acid, such as zinc stearate, lithium stearate, and calcium stearate, and paraffin, a wax, nature, or a synthetic-resin derivative is mentioned that what is necessary is just to use what is used for shaping of a dust core from the former as the above-mentioned lubricant.

[0029] Moreover, by this invention, in case the above-mentioned powder for dust cores is pressed, the amount of lubricant in the powder for dust cores can be further lessened using the die which applied lubricant to the internal surface by aiming at reduction of the frictional resistance between soft magnetism powder-die walls. In this case, it becomes possible for the amount of lubricant for the mechanical strength which carrying out to below 0.1 mass % preferably below 0.2 mass [in the powder whole quantity] % was recommended, and was more excellent with this, and the dust core which has a magnetic property to manufacture. In addition, when using the above-mentioned die, even if the powder for dust cores does not contain lubricant, it is possible to acquire a Plastic solid without die galling.

[0030] In lubricant, it mixes to homogeneity and the powder for dust cores of this invention is manufactured by the above-mentioned soft magnetism powder, phenol resin impalpable powder, and the pan so that it may become the above-mentioned content, respectively depending on the case. Especially a mixed approach is not limited and can adopt a well-known approach conventionally.

[0031] Moreover, the dust core of this invention is manufactured using the above-mentioned powder for dust cores. The manufacture approach is equipped with the process which presses the powder for the ** above-mentioned dust cores, and the process which heat-hardens the phenol resin in ** compression Plastic solid.

[0032] In the above-mentioned process **, although it is not limited but can adopt a well-known approach

conventionally, especially compression forming is desirable at the point that the amount of lubricant in the powder for dust cores can be reduced, when using the die which applied lubricant to the internal surface as above-mentioned.

[0033] Especially as lubricant applied to a die internal surface, although not limited, as a typical thing, the metal salts (for example, zinc stearate, lithium stearate, calcium stearate, etc.) of stearin acid are mentioned, this may be applied with the shape of powder, or it may be made to dissolve in an organic solvent and it may be applied. Moreover, as lubricant other than the above, if graphite, molybdenum disulfide, etc. have lubricity, they are applicable.

[0034] as the desirable conditions at the time of compression molding -- 1200 or less MPa of 290 or more MPas pressures -- it is 3 or less seconds 0.1 seconds or more more preferably the 0.05 seconds or more 5 or less second pressurization time amount in 390 or more MPas 1000 or less MPa and maximum load. In addition, since a possibility that phenol resin may heat-harden is before a Plastic solid configuration is formed when molding temperature is too high, compression molding must be performed less than [ordinary temperature -150 degree C].

[0035] In the above-mentioned process **, the phenol resin in a compression Plastic solid is heat-hardened. Especially the approach of heat curing is not limited but can adopt a well-known approach conventionally. It is 180 degrees C or more preferably, and, as for heat curing, 380 degrees C or less of 150 degrees C or more of things to which the crosslinking reaction of phenol resin may advance and which are preferably performed below 300 degrees C are recommended in respect of heat deterioration prevention of phenol resin. Moreover, although heat-curing time amount changes with the curing temperature to adopt somewhat, it is recommended that 1 or less hour takes 3 minutes or more preferably 1 minute or more for 2 or less hours. By adopting such heat-curing conditions, while fully being able to advance bridge formation of phenol resin, degradation of phenol resin can also be prevented.

[0036] Thus, the dust core of this invention obtained is further excellent in ordinary temperature, a hot mechanical strength, and a magnetic property.

[0037]

[Example] Hereafter, based on an example, this invention is stated to a detail. However, the following example does not restrict this invention and all the things done for modification implementation in the range which does not deviate from before and the after-mentioned meaning are included by the technical range of this invention.

[0038] The powder for dust cores which carried out weighing capacity of pure iron powder (the Kobe Steel make, ATOMERU 300NH), the phenol resin impalpable powder (non-dissolved partial 5 mass %) of the mean particle diameter shown in Table 1, and the lubricant (lithium stearate) as experiment 1 soft-magnetism powder, respectively, mixed 30 minutes or more using the V shaped rotary mixer, and these mixed to homogeneity was obtained (phenol resin impalpable powder 1 mass %, lubricant 0.1 mass %). In addition, it asks for the mean particle diameter of phenol resin impalpable powder by the above-mentioned approach.

[0039] this powder for dust cores -- metal mold -- being filled up -- the temperature of 20 degrees C, pressure 800MPa, and pressurization time amount 2 seconds in maximum load -- pressing -- after that -- compression molding -- heat curing of the phenol resin in the living body was carried out on the conditions for 200 degree-Cx 10 minutes in air, and the dust core of a rectangular parallelepiped configuration with a die-length [of 31.8mm] x width-of-face [of 12.7mm] x thickness of 5mm was acquired. In addition, compression molding distributed lubricant (zinc stearate) in ethanol, and was performed using the metal mold which applied this to the internal surface with the brush.

[0040] About the acquired dust core, the anti-chip box reinforcement in ordinary temperature was measured. The anti-chip box strength test was performed to ISO3325 (sintering metallic material anti-****) according to the regular test method. "AUTOGRAPH AG-5000E" by Shimadzu was used for the testing device, and distance between the supporting points was set to 25mm. A result is shown in Table 1. Moreover, the relation between the anti-chip box reinforcement of a dust core and the mean particle diameter of the used phenol resin powder is shown in drawing 1.

[0041]

[Table 1]

実験No.	フェノール樹脂粉末の 平均粒径(μm)	抗折強度 (N/mm^2)
1-1	10	112
1-2	20	107
1-3	30	100
1-4	50	60
1-5	100	40

[0042] The dust core where anti-chip box reinforcement is big is acquired, so that from Table 1 and drawing 1 and it is like what has the small mean particle diameter of the used phenol resin powder (i.e., impalpable powder). Especially the dust core that used the phenol resin impalpable powder of the mean particle diameter with which are satisfied of the desirable range of this invention has very big anti-chip box reinforcement.

[0043] As experiment 2 phenol-resin impalpable powder, the non-dissolved part used the thing (resin A) of 5 mass %, and the thing (resin B) of 2 mass %, and the powder for dust cores was obtained like the experiment 1 (phenol resin impalpable powder 1 mass %, lubricant 0.1 mass %). In addition, the mean particle diameter of Resin A and B is 20 micrometers.

[0044] Using this powder for dust cores, the dust core was manufactured like the experiment 1 and anti-chip box reinforcement was measured at the temperature shown in Table 2. In addition, by measurement at 200 degrees C, after the oven furnace was used for the anti-chip box strength test in an elevated temperature and it held the test portion under the 200-degree C environment among air for 30 minutes, it was performed by the approach of taking out from this oven furnace and completing a trial within 3 minutes. A result is shown in Table 2. Moreover, the relation between the anti-chip box reinforcement of a dust core and measurement temperature is shown in drawing 2.

[0045]

[Table 2]

実験No.	フェノール 樹脂	成形体密度 (g/cm^3)	各測定温度での抗折強度(N/mm^2)			
			常温	50°C	100°C	150°C
2-1	A	7.15	112	110	114	115.9
2-2	B	7.15	122	120	60	35.1

[0046] It is not concerned with measurement temperature, but anti-chip box reinforcement is almost fixed, and not only ordinary temperature but the anti-chip box reinforcement in an elevated temperature of 100 degrees C or more is good in the dust core which used the resin A (non-dissolved partial 5 mass %) with which a non-dissolved part fills the desirable range of this invention so that clearly from Table 2 and drawing 2. On the other hand, in the dust core which used the resin B (non-dissolved partial 2 mass %) with which a non-dissolved part is less than the desirable range of this invention, although the anti-chip box reinforcement in ordinary temperature is excellent, anti-chip box reinforcement is falling according to the rise of measurement temperature.

[0047] The above-mentioned resin A (mean particle diameter of 20 micrometers) was used for experiment 3 phenol-resin impalpable powder, and the powder for dust cores was obtained like the experiment 1 as a content which shows this in Table 3 (lubricant 0.06 mass %). This powder for dust cores was used as the compression-molding object like the experiment 1, heat curing was carried out on the conditions shown in Table 3 among air, the dust core was manufactured, and the anti-chip box reinforcement in ordinary temperature was measured. A result is shown in Table 3 and drawing 3.

[0048]

[Table 3]

圧粉磁心の熱硬化条件

a:	150°C×10分、	b:	175×10分
c:	200°C×10分、	d:	200×60分

[Table 4]

実験No.	潤滑剤含有量 (質量%)	成形性
4-1	0.15	×
4-2	0.2	○
4-3	0.5	○
4-4	1	○

[Table 5]

実験No.	潤滑剤含有量 (質量%)	成形性	抗折強度 (N/mm ²)
5-1	0	○	120
5-2	0.06	○	116
5-3	0.1	○	105
5-4	0.2	○	102
5-5	0.5	○	30

[0055] Also in which lubricant content, the Plastic solid without die galling is acquired the passage clear from Table 5 and drawing 4 , and further, if this lubricant content is desirable within the limits of this invention, the dust core which has very good anti-chip box reinforcement can be acquired. Thus, by using the metal mold which applied lubricant to the internal surface, it is possible to reduce the amount of lubricant in the powder for dust cores, there is also no die galling, and the dust core where anti-chip box reinforcement is big can be manufactured.

[0056]

[Effect of the Invention] This invention was constituted as above, is adopting phenol resin impalpable powder as binder resin, and has offered the mixed powder for dust cores which enables manufacture of the dust core which has a mechanical strength, the outstanding electric resistance, and the outstanding magnetic property, and the high intensity dust core acquired by this and its manufacture approach. Since soft magnetism powder and phenol resin impalpable powder are being mixed to homogeneity, the powder for dust cores of this invention has good workability at the point that it is not necessary to use a solvent.

[0057] Moreover, offer of the dust core which has the mechanical strength which was excellent in using a specific thing as the above-mentioned phenol resin also in the elevated temperature 100 degrees C [not only ordinary temperature but] or more also became possible. Such a high intensity dust core of this invention is applicable to the device which a load requires at the unusable elevated temperature in the former.

[Translation done.]

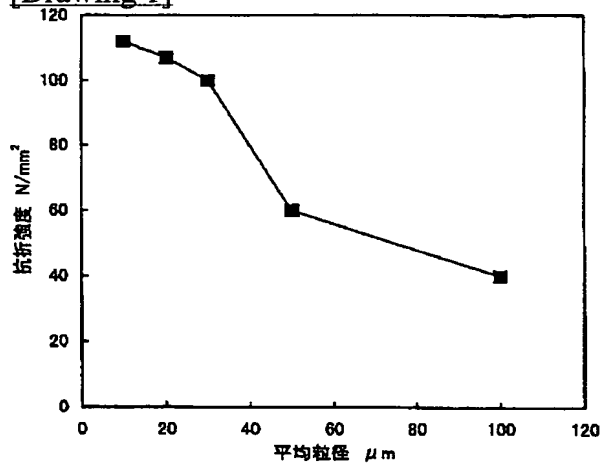
* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

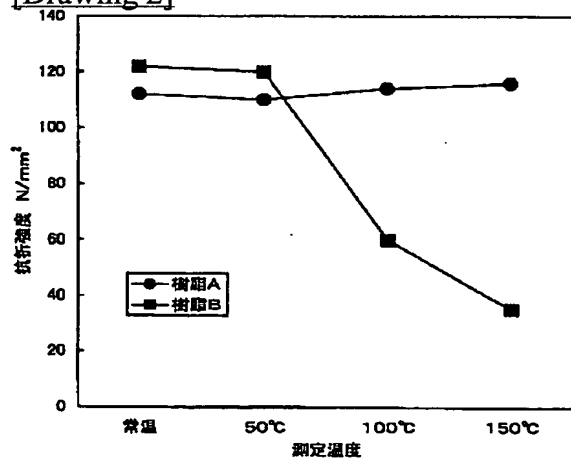
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

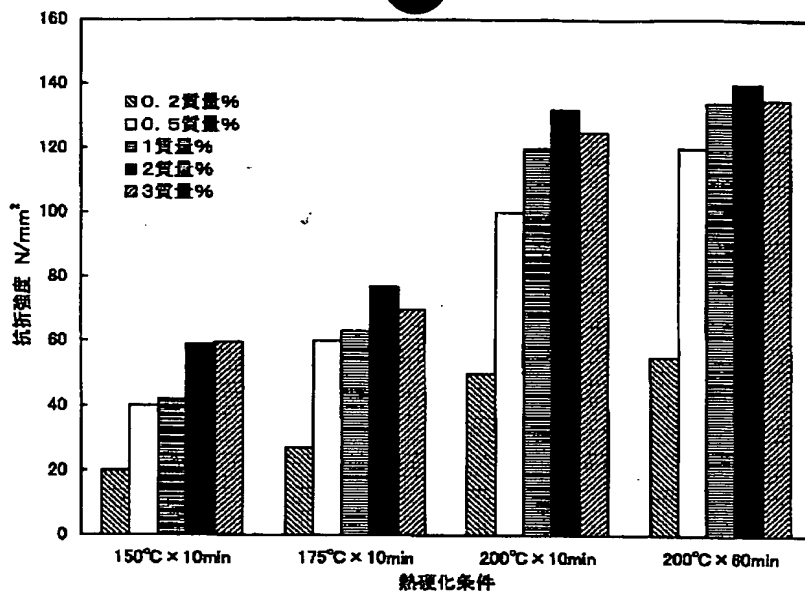
[Drawing 1]



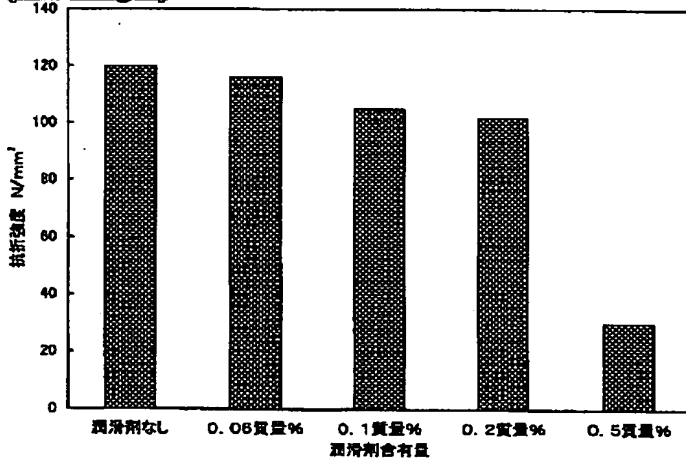
[Drawing 2]



[Drawing 3]



[Drawing 4]



[Translation done.]

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-280209

(43)Date of publication of application : 27.09.2002

(51)Int.Cl.

H01F 1/22

H01F 41/02

(21)Application number : 2001-081439

(71)Applicant : KOBE STEEL LTD

(22)Date of filing : 21.03.2001

(72)Inventor : MITANI HIROYUKI
YURI TSUKASA
FUJISAWA KAZUHISA
SEKI YOSHIKAZU
MURAKAMI MASAHIRO
HOJO TAKAFUMI

(54) HIGH-INTENSITY DUST CORE POWDER, HIGH-INTENSITY DUST CORE, AND ITS MANUFACTURING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide mixed powders in which soft magnetic powders and binder resins are mixed uniformly, have electrical resistances where an overcurrent can be restricted between soft magnetic powder particles, and are a raw material of dust core having high mechanical intensity at normal temperatures and high temperatures, with the dust core obtained from the mixed powders, and to provide its manufacturing method.

SOLUTION: High-intensity dust core powders contain soft magnetic powders; phenolic resin fine powders, preferably phenolic resin fine powders in which the mean particle size is 30 μ m or less, which has a methylol group in molecules, and in which a nondissolved part in the case of being dissolved in high excessive boiled methanol is at least 4 mass%, based on the total amount of phenolic resin; a high-intensity dust core is obtained from the dust core powders; and its manufacturing method is provided.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

01.04.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-280209

(P2002-280209A)

(43) 公開日 平成14年9月27日 (2002.9.27)

(51) Int.Cl.⁷

H 0 1 F 1/22
41/02

識別記号

F I

H 0 1 F 1/22
41/02

テームコード* (参考)

5 E 0 4 1

D

審査請求 未請求 請求項の数9 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2001-81439 (P2001-81439)

(22) 出願日 平成13年3月21日 (2001.3.21)

(71) 出願人 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区臨浜町二丁目10番26号

(72) 発明者 三谷 宏幸

神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会
社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(72) 発明者 由利 司

神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会
社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(74) 代理人 100067828

弁理士 小谷 悦司 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高強度圧粉磁心用粉末、高強度圧粉磁心とその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 軟磁性粉末とバインダー樹脂が均一に混合しており、軟磁性粉末粒子間における渦電流を抑制し得る電気抵抗を有し、且つ常温、さらには高温において高い機械的強度を有する圧粉磁心の原料となる混合粉末と、該混合粉末から得られる圧粉磁心およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 軟磁性粉末とフェノール樹脂微粉末、好ましくは平均粒径が30 μm以下であり、分子内にメチロール基を有し、大過剰煮沸メタノールに溶解させた場合の未溶解部分が、該フェノール樹脂総量に対し、少なくとも4質量%のフェノール樹脂微粉末を含む高強度圧粉磁心用粉末、および該圧粉磁心用粉末から得られる高強度圧粉磁心とその製造方法である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 軟磁性粉末とフェノール樹脂微粉末を含むものであることを特徴とする高強度圧粉磁心用粉末。

【請求項2】 前記フェノール樹脂微粉末の平均粒径が30 μ m以下である請求項1に記載の高強度圧粉磁心用粉末。

【請求項3】 前記フェノール樹脂は、分子内にメチロール基を有するものである請求項1または2に記載の高強度圧粉磁心用粉末。

【請求項4】 前記フェノール樹脂は、該フェノール樹脂1gに対して100mlの割合の煮沸メタノールに溶解させた場合の未溶解部分が、該フェノール樹脂総量に対し、少なくとも4質量%である請求項1～3のいずれかに記載の高強度圧粉磁心用粉末。

【請求項5】 前記フェノール樹脂微粉末が0.5～5質量%含有されているものである請求項1～4のいずれかに記載の高強度圧粉磁心用粉末。

【請求項6】 潤滑剤が少なくとも0.2質量%含有されているものである請求項1～5のいずれかに記載の高強度圧粉磁心用粉末。

【請求項7】 潤滑剤が0.2質量%以下(0質量%を含む)含有されており、内壁面に潤滑剤を塗布した成型型を用いた圧縮成形法に使用されるものである請求項1～5のいずれかに記載の高強度圧粉磁心用粉末。

【請求項8】 請求項1～7のいずれかに記載の高強度圧粉磁心用粉末の圧縮成形体中に存在するフェノール樹脂を熱硬化して得られるものであることを特徴とする高強度圧粉磁心。

【請求項9】 請求項1～7に記載の高強度圧粉磁心用粉末を圧縮成形する工程と、圧縮成形体中のフェノール樹脂を熱硬化させる工程を備えることを特徴とする高強度圧粉磁心の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、鉄粉や鉄基合金粉末の如き軟磁性粉末と、フェノール樹脂微粉末を主体とする圧粉磁心用材料、該材料から得られる圧粉磁心およびその製造方法に関するものである。本発明によって得られる圧粉磁心は、常温、さらには高温における機械的強度や磁気的特性に優れる。

【0002】

【従来の技術】交流磁場内で使用される磁心においては、鉄損、特に渦電流損が小さいことや磁束密度が高いことが必要であると共に、製造工程におけるハンドリングおよびコイルにするための巻き線の際に破損のないことが必要である。いわゆる圧粉磁心の場合は、鉄粉粒子間に絶縁性を有する樹脂を介在させることで渦電流損を抑制できると共に、該樹脂が鉄粉粒子間で接着剤の役割を果たすため、良好な機械的強度を確保して破損を防止することが可能である。

【0003】圧粉磁心に関する従来の技術としては、鉄粉などの軟磁性粉末と、エポキシ樹脂、ポリイミド樹脂、シリコン系樹脂、フェノール樹脂、ナイロン樹脂などの有機バインダー樹脂との混合物を所定の形状に圧縮成形して得られることが知られており、また、圧縮成形時の粉末相互間の摩擦抵抗や成型型との摩擦抵抗を減ずるべく、さらにステアリン酸亜鉛やステアリン酸リチウムなどの潤滑剤を0.8～1質量%程度混合して量産化を図ることも行われている(例えば、特開昭56-74902号、特開昭62-232102号、特公昭58-46044号、特公平4-12605号など)。

【0004】従来、圧粉磁心は常温で使用されており、また機械的強度が要求されるような部品に適用されることもなかったため、機械的強度、特に高温での機械的強度が問われることはなかった。実際に、上記のような樹脂を使用した従来の圧粉磁心は、常温での機械的強度は大きいものの、100℃以上の高温では、樹脂のガラス転移や軟化のために機械的強度が低下する。特に上記のうち、熱可塑性樹脂であるナイロン樹脂では高温での機械的強度の低下が大きく、この傾向は、熱硬化性樹脂であるエポキシ樹脂、ポリイミド樹脂、フェノール樹脂などでも同様であるため、高温で使用される場合や、使用中の発熱により高温になる場合では、機械的強度が必要とされる部品への適用は困難であった。

【0005】圧粉磁心の機械的強度を改善する技術として、原料に混合する潤滑剤に、熱硬化性のバインダー樹脂の硬化温度よりも融点が高いものを用いることが提案されている(特公平4-12605号)。しかしながら、圧粉磁心の本質的な強度はバインダー樹脂の結合力あるいは接着力により決定されるものであるため、単にバインダー樹脂の硬化過程で、鉄粉-樹脂間の結合を妨げるような潤滑剤を排除するに過ぎないこの技術では、高温における機械的強度の改善を図るには不十分であった。

【0006】この他、成型体密度の向上策として、成型型の内壁面に潤滑剤を塗布し、原料混合粉末中には潤滑剤を添加しない技術が提案されている(特開平9-272901号)。潤滑剤は鉄粉(軟磁性粉末)と樹脂の接合を妨げ、機械的強度の低下を引き起こすことから、この技術は成型体密度のみならず、成型体強度の向上にも効果があると期待できる。しかし、高温における機械的強度の向上を図るには、上記の通り、バインダー樹脂自体のそれを向上する必要がある。

【0007】また、圧粉磁心の上記渦電流損を抑制するために、十分な電気絶縁性を付与することが求められており、この点から、成形に先立ち、バインダー樹脂を軟磁性粉末と均一に混合する必要がある。こうした軟磁性粉末/バインダー樹脂の混合物の均一性は、これを成形して得られる圧粉磁心の機械的強度の向上の点からも重要であるが、例えばフェノール樹脂は液状、塊状、ある

いはフレーク状であるため、トルエン、キシレン、ヘキサンなどの炭化水素系溶剤に溶解させた上で、軟磁性粉末と混合しなければならず、作業性に難点があった。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記事情に着目してなされたものであり、その目的は、軟磁性粉末とバインダー樹脂が均一に混合しており、軟磁性粉末粒子間における渦電流を抑制し得る電気抵抗を有し、且つ高い機械的強度をも有する圧粉磁心の原料となる混合粉末と、該混合粉末から得られる圧粉磁心およびその製造方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成し得た本発明の高強度圧粉磁心用粉末（以下、単に「圧粉磁心用粉末」ということがある）とは、軟磁性粉末とフェノール樹脂微粉末を含むところに要旨を有するものである。

【0010】上記フェノール樹脂微粉末は、平均粒径が30 μ m以下であることが好ましく、このような粒径のものを採用することで、軟磁性粉末との均一混合が達成できる。

【0011】また、本発明では、フェノール樹脂が分子内にメチロール基を有する自己架橋型であることが好ましく、さらに、圧粉磁心の高温における機械的強度を確保するため、該フェノール樹脂1gに対して100mlの割合の煮沸メタノールに溶解させた場合の、該フェノール樹脂の未溶解部分（以下、単に「未溶解部分」ということがある）が、該フェノール樹脂総量に対し、少なくとも4質量%であることが好ましい。

【0012】上記圧粉磁心用粉末中は、該フェノール樹脂微粉末が0.5～5質量%含有されていることが好ましく、さらに潤滑剤が少なくとも0.2質量%含有されていることが推奨される。なお、上記圧粉磁心用粉末が内壁面に潤滑剤を塗布した成型型を用いる圧縮成形法に使用される場合には、上記潤滑剤量が0.2質量%以下（0質量%を含む）であることが好ましい。

【0013】本発明の高強度圧粉磁心（以下、単に「圧粉磁心」ということがある）は、上記圧粉磁心用粉末の圧縮成形体中に存在するフェノール樹脂を熱硬化して得られるものである。すなわち、本発明の高強度圧粉磁心の製造方法は、上記の圧粉磁心用粉末を圧縮成形する工程と、圧縮成形体中のフェノール樹脂を熱硬化させる工程とを備えるところに特徴を有する。

【0014】

【発明の実施の形態】本発明でいう「圧粉磁心」とは、軟磁性粉末に、電氣的絶縁と機械的強度付与のためのバインダー樹脂、および場合によっては圧縮成形時の摩擦を低減するための潤滑剤を混合し、圧縮成形して所定の形状とした後、バインダー樹脂を熱硬化したものであり、主に交流磁場内で使用される磁心（コア）と呼ばれる電磁気部品である。

【0015】軟磁性粉末は、強磁性体の金属粉末であり、具体例としては、純鉄粉、鉄基合金粉末（Fe-Al合金、Fe-Si合金、センダスト、パーマロイなど）およびアモルファス粉末、表面にりん酸系化成皮膜や酸化皮膜などの電気絶縁皮膜を有する鉄粉などが挙げられる。こうした軟磁性粉末は、例えば、アトマイズ法によって微粒子とした後還元し、その後粉砕することなどによって製造できる。このような製法により、ふるい分け法で評価される粒度分布で、累積粒度分布が50%になる平均粒径が20～250 μ m程度の軟磁性粉末が得られるが、本発明においては、中でも50～150 μ m程度のものが好ましく用いられる。

【0016】本発明の圧粉磁心用粉末は、上記の軟磁性粉末とフェノール樹脂微粉末を含むものであり、該フェノール樹脂がバインダー樹脂としての役割を果たす。フェノール樹脂は熱硬化性樹脂であり、圧縮成形後、熱処理して架橋反応を進行させること、すなわち熱硬化させることで、良好な機械的強度を有する圧粉磁心が得られる。よって、本発明で用いるフェノール樹脂は、分子内にメチロール基を有する自己架橋型のものが好ましい。

【0017】圧粉磁心において、良好な電気抵抗と機械的強度を獲得するためには、圧縮成形に先立ち、軟磁性粉末とフェノール樹脂とが均一に混合していることが不可欠である。上記の通り、フェノール樹脂の形態は、通常、液状や塊状、フレーク状であり、固体の場合、軟磁性粉末の平均粒径よりも10倍以上大きいため、軟磁性粉末との均一混合を図るには、フェノール樹脂を溶剤に溶解させて用いる必要がある。これに対し、本発明の圧粉磁心用粉末では、微粉末のフェノール樹脂を用いることによって、溶剤なしに軟磁性粉末との均一混合を達成し、優れた電気抵抗と機械的強度を有する圧粉磁心の製造を可能としたのである。

【0018】こうした均一混合の観点から、本発明で用いるフェノール樹脂微粉末は、軟磁性粉末よりも平均粒径が十分に小さいことが好ましく、具体的には、30 μ m以下、さらに好ましくは20 μ m以下、特に好ましくは10 μ m以下であることが推奨される。なお、ここでいう「平均粒径」とは、走査型電子顕微鏡を用いて撮影したフェノール樹脂微粉末の写真（倍率：400倍）から無作為に選択したフェノール樹脂単粒子（複数の粒子が凝集したものではなく、単独で存在する粒子）100個について、該写真から直接測定した粒径を平均したものである。

【0019】上記のようなサイズのフェノール樹脂微粉末は、例えば、塊状やフレーク状のものを、場合によっては粉砕し、これを気流分級するなどして得ることができる他、高分子量のフェノール樹脂の場合は、良溶媒に溶解させて得たフェノール樹脂溶液を、大過剰の貧溶媒中に滴下してフェノール樹脂を沈殿させ、この沈殿物を回収することなどによっても製造できる。この場合、フ

フェノール樹脂溶液の濃度を調節することで、平均粒径をコントロールすることができる。

【0020】さらに、本発明においては、上記フェノール樹脂が自己架橋のためのメチロール基を有しつつ、ある程度架橋が進行して高分子量化していることが好ましい。フェノール樹脂は、熱硬化して架橋構造が発達すると、機械的強度が大きくなると共に、軟化が生じなくなり、さらにガラス転移の影響も小さくなることから、高温における機械的強度の低下が見られなくなる。圧粉磁心の機械的強度は、バインダー樹脂の機械的強度に依存するため、架橋構造が比較的発達していないフェノール樹脂を用いた圧縮成形体を熱硬化させることで、フェノール樹脂の架橋を進行させ、常温および高温での機械的強度の向上を図ることができる。

【0021】しかしながら、あまり架橋構造が発達していないフェノール樹脂では、長時間の熱硬化が必要となり、実用的なレベル（熱硬化時間2時間程度以下）では、特に高温での機械的強度の低下を抑制できない。そのため、ある程度架橋が進行して高分子量化されたフェノール樹脂を用いることが望ましいのである。

【0022】具体的には、フェノール樹脂として、該フェノール樹脂1gに対して100mlの煮沸メタノールに溶解させた場合の未溶解部分が、フェノール樹脂総量に対し、少なくとも4質量%、好ましくは5質量%以上*

$$X = 100 \times \{1 - (W_2/W_1)\} \quad \dots (1)$$

【0025】なお、本発明の圧粉磁心用粉末中のフェノール樹脂微粒子における上記未溶解部分は、軟磁性粉末を磁選によって分離した後、後述する潤滑剤が含有されている場合には、該潤滑剤のみ溶解する溶剤を用いて過分離を行い、フェノール樹脂のみを取り出した上で、上記の方法によって求めることができる。

【0026】上記フェノール樹脂は、圧粉磁心とした場合の機械的強度を確保するため、粉末全量中0.5質量%以上、好ましくは0.7質量%以上含有されることが推奨される。他方、フェノール樹脂量を増加すれば、機械的強度と電気絶縁性は向上するが、圧粉磁心における軟磁性粉末の体積率が減少して磁気的特性の低下を引き起こすため、粉末全量中5質量%以下、好ましくは2質量%以下含有されることが望ましい。

【0027】本発明の圧粉磁心用粉末は、さらに潤滑剤が含有されたものであることが好ましい。この潤滑剤の作用により、圧粉磁心用粉末を圧縮成形する際の軟磁性粉末間、あるいは軟磁性粉末-成形型内壁間の摩擦抵抗を低減でき、成形体の型かじりや成形時の発熱を防止することができる。このような効果を有効に発揮させるためには、潤滑剤が粉末全量中少なくとも0.2質量%、好ましくは0.5質量%以上含有されていることが推奨される。他方、潤滑剤を多量に添加してもその効果は飽和し、むしろ軟磁性粉末-フェノール樹脂間の結合を阻害して成形体（圧粉磁心）の機械的強度を低下させた

*であるものが推奨される。フェノール樹脂の煮沸メタノールに対する溶解性は、該フェノール樹脂分子に存在するメチロール基の量に依存し、その数が多いほど溶解し易いと考えられるが、架橋反応の進行に伴い、メチロール基が消費されてその数が減少するため、煮沸メタノールに溶解しない部分（未溶解部分）が生ずるようになる」と推測される。

【0023】すなわち、未溶解部分が上記下限を下回るフェノール樹脂は、ほとんど架橋していないため、これを使用した圧粉磁心では、上記のような実用的な熱硬化時間で十分な機械的強度、特に高温での機械的強度を確保できない。なお、上記未溶解部分は、フェノール樹脂総量に対し、30%以下、好ましくは20%以下であることが推奨される。これを超えるフェノール樹脂では、熱硬化の際の反応が速すぎて不均一な架橋構造を形成するため、硬化物（圧粉磁心）が脆くなる。

【0024】フェノール樹脂の上記未溶解部分の量は、以下の方法によって求められる。精秤した質量 W_1 のフェノール樹脂を、フェノール樹脂1gに対して100mlの割合のメタノール中に投入し、80℃で20時間ソックスレー抽出し、7μm以上のフェノール樹脂粒子が保留されるガラスフィルターでろ過する。このろ液を乾燥固化させ、残留乾固物の質量 W_2 を測定し、下式

(1)を用いて未溶解部分量 X を算出する。

り、該成形体中の軟磁性粉末の体積率が減少して磁気的特性の低下を引き起こす傾向があるため、その上限を粉末全量中1質量%とすることが好ましい。より好ましくは0.8質量%以下である。

【0028】上記の潤滑剤としては、従来から圧粉磁心の成形に用いられているものを使用すればよく、具体的には、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウムなどのステアリン酸の金属塩粉末、およびパラフィン、ワックス、天然または合成樹脂誘導体などが挙げられる。

【0029】また、本発明では、上記圧粉磁心用粉末を圧縮成形する際に、内壁面に潤滑剤を塗布した成形型を用いて、軟磁性粉末-成形型内壁間の摩擦抵抗の低減を図ることで、圧粉磁心用粉末中の潤滑剤量をさらに少なくすることができる。この場合、潤滑剤量は、粉末全量中0.2質量%以下、好ましくは0.1質量%以下とすることが推奨され、これによって、より優れた機械的強度と磁気的特性を有する圧粉磁心の製造が可能となる。なお、上記の成形型を使用する場合は、圧粉磁心用粉末が潤滑剤を含有していなくても、型かじりのない成形体を得ることが可能である。

【0030】本発明の圧粉磁心用粉末は、上記の軟磁性粉末とフェノール樹脂微粉末、さらに場合によっては潤滑剤を、夫々上記の含有量となるように均一に混合して製造される。混合方法は特に限定されるものではなく、

従来公知の方法が採用できる。

【0031】また、本発明の圧粉磁心は、上記の圧粉磁心用粉末を用いて製造される。その製造方法は、
①上記圧粉磁心用粉末を圧縮成形する工程、および
②圧縮成形体中のフェノール樹脂を熱硬化する工程、を備えるものである。

【0032】上記工程①において、圧縮成形法は特に限定されず、従来公知の方法が採用可能であるが、上述の通り、内壁面に潤滑剤を塗布した成型型を用いる場合は、圧粉磁心用粉末中の潤滑剤量を低減できる点で好ましい。

【0033】成型型内壁面に塗布される潤滑剤としては、特に限定されるものではないが、代表的なものとしては、ステアリン酸の金属塩（例えば、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウムなど）が挙げられ、これを粉末状のまま塗布したり、有機溶媒に溶解させて塗布してもよい。また、上記以外の潤滑剤としては、グラファイトや二硫化モリブデンなど、潤滑性を有するものであれば適用できる。

【0034】圧縮成形時の好ましい条件としては、圧力290MPa以上1200MPa以下、より好ましくは390MPa以上1000MPa以下、最大荷重での加圧時間0.05秒以上5秒以下、より好ましくは0.1秒以上3秒以下である。なお、成形温度が高過ぎると、成形体形状が形成される前にフェノール樹脂が熱硬化してしまう恐れがあるため、圧縮成形は、常温～150℃未満で行わなければならない。

【0035】上記工程②において、圧縮成形体中のフェノール樹脂を熱硬化する。熱硬化の方法は特に限定されず、従来公知の方法が採用可能である。熱硬化は、フェノール樹脂の架橋反応が進行し得る150℃以上、好ましくは180℃以上であって、フェノール樹脂の熱劣化防止の点で380℃以下、好ましくは300℃以下で行うことが推奨される。また、熱硬化時間は、採用する硬化温度によって多少変化するが、1分以上2時間以下、好ましくは3分以上1時間以下とすることが推奨される。このような熱硬化条件を採用することで、フェノール樹脂の架橋を十分に進行させることができると共に、フェノール樹脂の劣化も防止できる。

【0036】このようにして得られる本発明の圧粉磁心は、常温、さらには高温における機械的強度および磁気的特性に優れたものである。

【0037】

【実施例】以下、実施例に基づいて本発明を詳細に述べる。ただし、下記実施例は本発明を制限するものではなく、前・後記の趣旨を逸脱しない範囲で変更実施をすることは全て本発明の技術的範囲に包含される。

【0038】実験1

軟磁性粉末として純鉄粉（神戸製鋼所製、アトメル300NH）、表1に示す平均粒径のフェノール樹脂微粉末

（未溶解部分5質量%）、および潤滑剤（ステアリン酸リチウム）を夫々秤量し、V型混合機を用いて30分以上混合して、これらが均一に混合した圧粉磁心用粉末を得た（フェノール樹脂微粉末1質量%、潤滑剤0.1質量%）。なお、フェノール樹脂微粉末の平均粒径は、上述の方法により求めたものである。

【0039】この圧粉磁心用粉末を金型に充填し、温度20℃、圧力800MPa、最大荷重での加圧時間2秒で圧縮成形し、その後圧縮成形体中のフェノール樹脂を、空气中200℃×10分の条件で熱硬化させて、長さ31.8mm×幅12.7mm×厚さ5mmの直方体形状の圧粉磁心を得た。なお、圧縮成形は、潤滑剤（ステアリン酸亜鉛）をエタノール中に分散させ、これを内壁面に刷毛で塗布した金型を用いて行った。

【0040】得られた圧粉磁心について、常温での抗折強度を測定した。抗折強度試験は、ISO3325（焼結金属材料抗折力）に規定の試験方法に従って行った。試験装置には島津製作所製「AUTOGRAPH AG-5000E」を使用し、支点間距離を25mmとした。結果を表1に示す。また、図1に、圧粉磁心の抗折強度と、使用したフェノール樹脂粉末の平均粒径との関係を示す。

【0041】

【表1】

実験No.	フェノール樹脂粉末の 平均粒径(μm)	抗折強度 (N/mm ²)
1-1	10	112
1-2	20	107
1-3	30	100
1-4	50	60
1-5	100	40

【0042】表1および図1から明らかであるように、使用したフェノール樹脂粉末の平均粒径が小さいもの程、すなわち微粉末である程、抗折強度の大きな圧粉磁心が得られている。特に、本発明の好ましい範囲を満足する平均粒径のフェノール樹脂微粉末を使用した圧粉磁心は、極めて大きな抗折強度を有している。

【0043】実験2

フェノール樹脂微粉末として、未溶解部分が5質量%のもの（樹脂A）、および2質量%のもの（樹脂B）を使用し、実験1と同様にして圧粉磁心用粉末を得た（フェノール樹脂微粉末1質量%、潤滑剤0.1質量%）。なお、樹脂AおよびBの平均粒径は20μmである。

【0044】この圧粉磁心用粉末を用い、実験1と同様にして圧粉磁心を製造し、表2に示す温度で抗折強度を測定した。なお、高温での抗折強度試験は、例えば200℃での測定では、オープン炉を使用し、空气中200℃の環境下で測定試料を30分保持した後、該オープン炉から取り出して3分以内に試験を完了する方法で行っ

た。結果を表2に示す。また、図2に、圧粉磁心の抗折強度と、測定温度との関係を示す。 *【0045】

*【表2】

実験No.	フェノール樹脂	成形体密度 (g/cm ³)	各測定温度での抗折強度(N/mm ²)			
			常温	50℃	100℃	150℃
2-1	A	7.15	112	110	114	115.9
2-2	B	7.15	122	120	60	35.1

【0046】表2および図2から明らかであるように、未溶解部分が本発明の好ましい範囲を満たす樹脂A（未溶解部分5質量%）を使用した圧粉磁心では、測定温度に関わらず抗折強度がほぼ一定であり、常温のみならず100℃以上の高温での抗折強度も良好である。これに対し、未溶解部分が本発明の好ましい範囲を下回る樹脂B（未溶解部分2質量%）を使用した圧粉磁心では、常温での抗折強度は優れているものの、測定温度の上昇に従って抗折強度が低下している。

【0047】実験3

※

実験No.	フェノール樹脂量 (質量%)	抗折強度(N/mm ²)			
		a	b	c	d
3-1	0.2	20	27	50	55
3-2	0.5	40	60	100	120
3-3	1	42.1	63.1	120	133.9
3-4	2	59.2	76.9	132	140
3-5	3	59.6	69.8	125	135

圧粉磁心の熱硬化条件

a: 150℃×10分, b: 175×10分

c: 200℃×10分, d: 200×60分

【0049】表3および図3から明らかであるように、熱硬化条件に関わらず、フェノール樹脂微粉末量が本発明の範囲を満たす圧粉磁心用粉末から得られた圧粉磁心は、本発明の範囲を下回るものからの圧粉磁心よりも抗折強度が優れている。また、フェノール樹脂が劣化しない範囲では、熱硬化温度が高く、且つ熱硬化時間が長い程、得られる圧粉磁心の抗折強度は大きくなる。

【0050】実験4

フェノール樹脂微粉末に上記樹脂A（平均粒径20μm）を使用し、潤滑剤を表4に示す含有量として、実験1と同様にして圧粉磁心用粉末を得た（樹脂A：1質量%）。この圧粉磁心用粉末を用い、内壁面に潤滑剤を塗布していない金型を使用した他は、実験1と同様にして圧縮成形した場合の成形性を評価した。評価基準は、成形体に型かじりが認められない場合を「○」とし、型かじりが認められるものを「×」とした。結果を表4に示す。

【0051】

【表4】

実験No.	潤滑剤含有量 (質量%)	成形性
4-1	0.15	×
4-2	0.2	○
4-3	0.5	○
4-4	1	○

【0052】表4から明らかなように、潤滑剤の含有量が本発明の範囲を下回る圧粉磁心用粉末から得られた圧縮成形体では、型かじりが認められるが、本発明の範囲にある圧粉磁心用粉末から得られた圧縮成形体では型かじりが認められず、成形性が良好である。

【0053】実験5

フェノール樹脂微粉末に上記樹脂A（平均粒径20μm）を使用し、潤滑剤を表5に示す含有量として、実験1と同様にして圧粉磁心用粉末を得た（樹脂A：1質量%）。この圧粉磁心用粉末を用い、実験1と同様にして圧縮成形した場合の成形性を、実験4の基準に従って評価した。結果を表5に示す。さらに得られた成形体を、実験1と同様にして熱硬化させて圧粉磁心とし、常温での抗折強度を測定した。結果を表5および図4に示す。

【0054】

【表5】

実験No.	潤滑剤含有量 (質量%)	成形性	抗折強度 (N/mm ²)
5-1	0	○	120
5-2	0.06	○	116
5-3	0.1	○	105
5-4	0.2	○	102
5-5	0.5	○	30

【0055】表5および図4から明らかである通り、いずれの潤滑剤含有量においても、型かじりのない成形体が得られており、さらに該潤滑剤含有量が本発明の好ましい範囲内であれば、極めて良好な抗折強度を有する圧粉磁心を得ることができる。このように、内壁面に潤滑剤を塗布した金型を使用することで、圧粉磁心用粉末中の潤滑剤量を低減することが可能であり、型かじりもなく、抗折強度の大きな圧粉磁心が製造できる。

【0056】

【発明の効果】本発明は以上の通り構成されており、バインダー樹脂としてフェノール樹脂微粉末を採用することで、優れた機械的強度、電気抵抗および磁気的特性を有する圧粉磁心の製造を可能とする圧粉磁心用混合粉末*

*と、これにより得られる高強度圧粉磁心およびその製造方法を提供できた。本発明の圧粉磁心用粉末は、軟磁性粉末とフェノール樹脂微粉末が均一に混合しているため、溶媒を用いる必要がない点で、作業性が良好である。

【0057】また、上記フェノール樹脂として特定のものであることで、常温のみならず100℃以上の高温においても、優れた機械的強度を有する圧粉磁心の提供も可能となった。このような本発明の高強度圧粉磁心は、従来では使用不可能であった高温で荷重のかかる機器などにも適用できる。

【図面の簡単な説明】

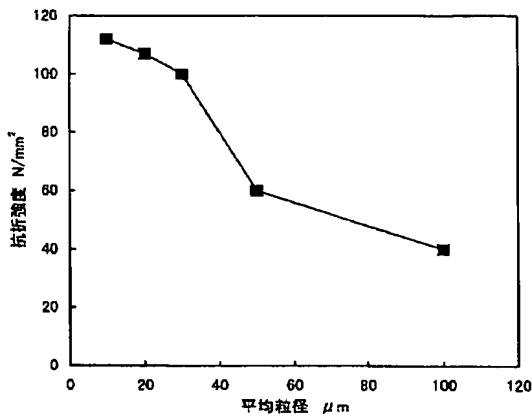
【図1】圧粉磁心の抗折強度と、使用したフェノール樹脂粉末の平均粒径の関係を示すグラフである。

【図2】圧粉磁心の抗折強度と測定温度の関係を示すグラフである。

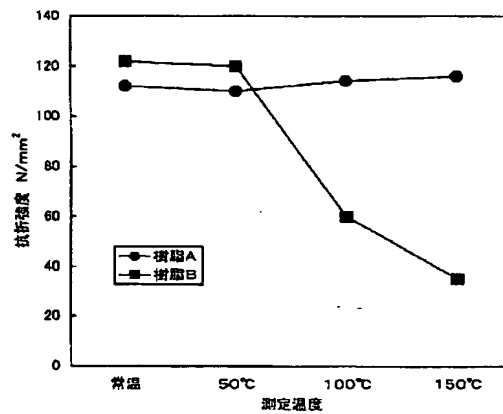
【図3】圧粉磁心の抗折強度と、フェノール樹脂微粉末の含有量および熱硬化条件の関係を示すグラフである。

【図4】内壁面に潤滑剤を塗布した金型を用いた圧縮成形法によって得られた圧粉磁心の抗折強度と潤滑剤含有量の関係を示すグラフである。

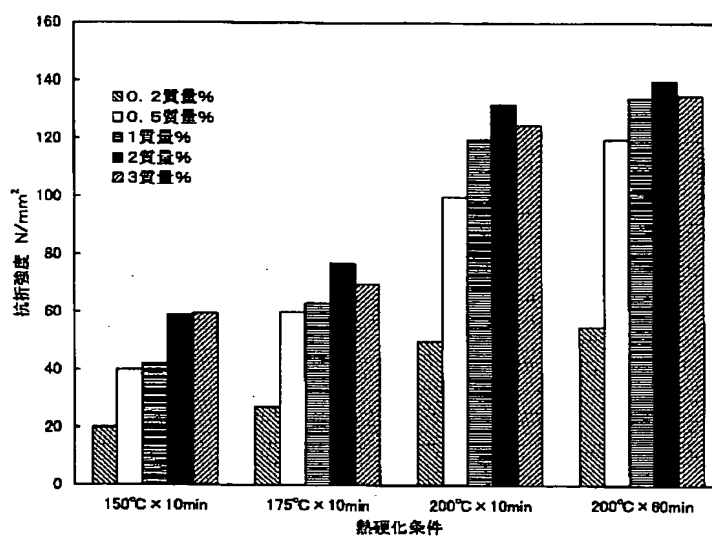
【図1】



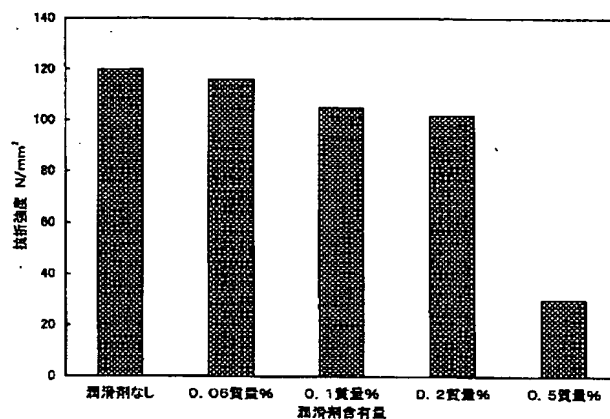
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 藤沢 和久
神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会
社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内
(72)発明者 関 義和
兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号
株式会社神戸製鋼所高砂製作所内

(72)発明者 村上 政博
兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号
株式会社神戸製鋼所高砂製作所内
(72)発明者 北条 啓文
兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号
株式会社神戸製鋼所高砂製作所内
Fターム(参考) 5E041 AA11 BB03 CA01 HB17 NN06